

## (12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international



29 JUIL 2004

(43) Date de la publication internationale  
31 décembre 2003 (31.12.2003)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
WO 2004/000741 A1

(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup> : C03B 37/012, 19/02

(21) Numéro de la demande internationale : PCT/EP2003/050223

(22) Date de dépôt international : 12 juin 2003 (12.06.2003)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité : 0207732 21 juin 2002 (21.06.2002) FR

(71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*) : UMI-CORE [BE/BE]; Rue du Marais 31, B-1000 Bruxelles (BE).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (*pour US seulement*) : FONTE-NEAU, Gilles [FR/FR]; 1 Rue du Clos Tinel, F-35410 Nouvoitou (FR). BOUSSARD-PLEDEL, Catherine [FR/FR]; 4 Rue du Clos, F-35830 Betton (FR). LE COQ, David [FR/FR]; 1 Rue du Pont Jacquelot, F-22800 Plaine Haute (FR).

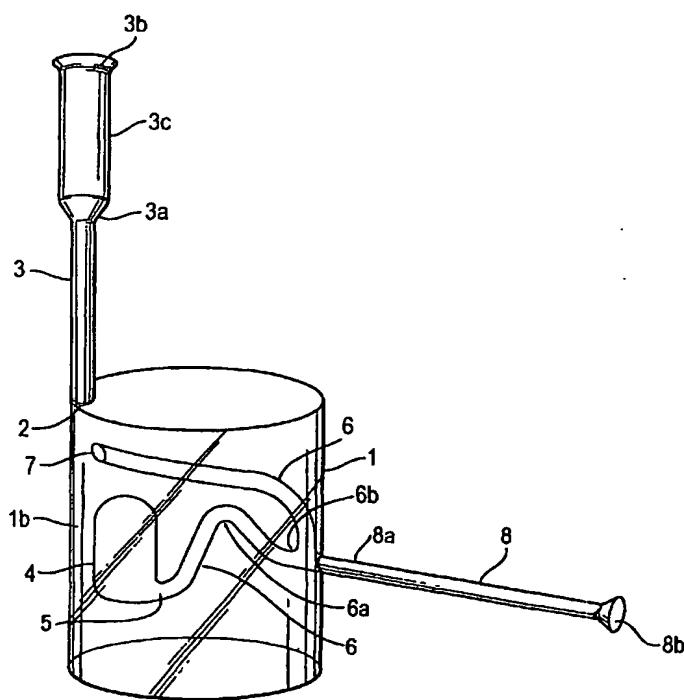
(81) États désignés (*national*) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (*régional*) : brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: REACTION CHAMBER AND METHOD FOR PREPARING PREFORMS FOR OPTICAL FIBERS

(54) Titre : ENCEINTE REACTIONNELLE ET PROCEDE POUR LA PRÉPARATION DE PREFORMES POUR FIBRES OPTIQUES



(57) Abstract: The invention concerns a reaction chamber comprising a first container (1), a second container (4) connected to a conduit (6), an outer tube (3) emerging into the container (1), an outer tube (8) emerging into the conduit. The container (1) is designed to receive a sleeve glass, and the container (4) a core glass for optical fiber. The method for using said chamber, after vacuum sealing in (3a) and (8a), and heating the chamber at a sufficient temperature for melting the glasses, the chamber being in the position represented with the tube (3) in vertical position, consists: in a 180° anti-clockwise rotation about an axis perpendicular to the figure. The sleeve glass flows into the tube (3) while the core glass remains confined in the container (4); cooling the tube (3), then returning to the original position; part of the sleeve glass, maintained in liquid form in the center of the tube (3), drops into the container (1); carrying out another 180° rotation, but clockwise. The core glass flows into the conduit (6) and drops by gravity into the empty central part of the tube (3), while the sleeve glass which has dropped again into the tube (3) and has cooled, remains congealed on the wall of the container (1). The invention thus enables preparation, in a vacuum sealed chamber containing the two glasses, a preform for optical fiber.

[Suite sur la page suivante]

WO 2004/000741 A1



eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Déclarations en vertu de la règle 4.17 :**

- relative au droit du déposant de demander et d'obtenir un brevet (règle 4.17.ii)) pour toutes les désignations
- relative au droit du déposant de revendiquer la priorité de la demande antérieure (règle 4.17.iii)) pour la désignation suivante US

**Publiée :**

- avec rapport de recherche internationale

— avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues

*En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.*

---

**(57) Abrégé :** Enceinte réactionnelle comprenant un premier conteneur 1, un second conteneur 4 relié à un conduit 6, un tube externe 3 débouchant dans le conteneur 1, un tube externe 8 débouchant dans le conduit 6. Le conteneur 1 est destiné à recevoir un verre de gaine, et le conteneur 4 un verre de cœur pour fibre optique. Pour utiliser cette enceinte, après scellement sous vide en 3a et 8a, et chauffage de l'enceinte à température suffisante pour que les verres soient liquides, l'enceinte étant dans la position représentée avec le tube 3 vertical, on effectue une rotation de 180° dans le sens anti-horaire autour d'un axe perpendiculaire au dessin. Le verre de gaine s'écoule dans le tube 3 tandis que le verre de cœur reste confiné dans le conteneur 4. On refroidit le tube 3, puis on revient à la position d'origine. Une partie du verre de gaine, restée liquide au centre du tube 3, retombe dans le conteneur 1. On effectue une nouvelle rotation de 180°, mais dans le sens horaire. Le verre de cœur s'écoule dans le conduit 6 et tombe par gravité dans la partie centrale vide du tube 3, tandis que le verre de gaine retombé du tube 3, qui s'est refroidi, reste figé sur la paroi du conteneur 1. On prépare ainsi, dans une enceinte scellée sous vide contenant les deux verres, une préforme pour fibre optique.

**ENCEINTE REACTIONNELLE ET PROCEDE POUR LA PREPARATION DE PREFORMES POUR FIBRES OPTIQUES**

La présente invention a pour objet une enceinte réactionnelle permettant notamment de fabriquer une préforme pour fibres optiques à double indice.

On sait que les fibres optiques à double indice peuvent être obtenues notamment à partir d'une préforme préalablement élaborée. Cette préforme est constituée de deux verres : un verre de coeur, et un verre de gaine dont l'indice de réfraction est inférieur à celui du verre de coeur.

Une des difficultés de la réalisation de préformes à double indice est qu'il convient d'éviter une contamination de chacun des verres par l'autre verre ou par des agents polluants extérieurs.

Pour cela, il serait nécessaire de réaliser la préforme dans une enceinte scellée sous vide, après introduction des deux verres à l'intérieur de l'enceinte, en faisant en sorte qu'ils ne puissent être en contact l'un avec l'autre, sauf au moment de la réalisation proprement dite de la préforme.

Il existe plusieurs méthodes d'obtention des préformes à double indice. On peut opérer par exemple selon une méthode de mise en forme par rotation (« rotational casting ») : on verse un verre en fusion dans un moule cylindrique que l'on met en rotation rapide pour réaliser le tube de gaine, dans lequel on va ensuite verser le verre de coeur.

Selon la méthode dite « build-in casting », on coule un verre de gaine en fusion dans un moule cylindrique que l'on renverse rapidement de façon à obtenir un tube dans lequel on coule le verre de coeur en fusion. On peut également couler le verre de gaine autour d'un barreau de verre de coeur (méthode dite « clad over core »). D'autres techniques procèdent par aspiration à l'extrémité inférieure du moule. On peut également utiliser une technique d'injection du verre de coeur (« CIT », pour « Core Injection Technique »), qui consiste à

fabriquer un verre de gaine par mise en forme par rotation, puis à immerger la partie inférieure du tube dans un bain contenant le verre de coeur en fusion, en appliquant une différence de pression entre la surface du bain et l'intérieur du tube.

5 Les méthodes décrites ci-dessus permettent d'obtenir des préformes utilisables dans la préparation de fibres multimodes (dont le diamètre de coeur est relativement important).

Pour obtenir des fibres monomodes (dont le diamètre de coeur est relativement faible, par exemple inférieur à un cinquième du 10 diamètre de gaine), on peut partir de préformes obtenues soit par les méthodes de dépôt chimique en phase vapeur (CVD, pour « Chemical Vapor Deposition ») ou par la méthode CVD modifiée, soit par la méthode dite « rod in tube » (un barreau de verre de coeur est mis à l'intérieur d'un tube de gaine, et le tout est 15 ensuite étiré en fibre), soit encore par la technique de l'étirage-manchonnage (une préforme préalablement fabriquée est étirée puis manchonnée dans un tube de verre de gaine que l'on rétreint ensuite soft avant le fibrage, soit pendant le fibrage).

Toutes ces méthodes nécessitent donc la fabrication 20 préalable de préformes.

Parmi toutes les méthodes de fabrication de préformes qui viennent d'être exposées, aucune n'est réalisée en enceinte scellée sous vide contenant les deux verres d'indices différents. La présente invention, au contraire, permet une telle réalisation, 25 grâce à une enceinte de conception particulière.

L'invention a donc pour objet une enceinte réactionnelle comprenant :

- un premier conteneur constitué essentiellement par une paroi délimitant un volume sensiblement clos, à l'exception d'au 30 moins un premier orifice ménagé dans ladite paroi,

- un second conteneur constitué essentiellement par une paroi délimitant un volume sensiblement clos, à l'exception d'un second orifice mettant en communication le second conteneur avec

une première extrémité d'un conduit ayant une seconde extrémité ouverte,

dans laquelle :

- lesdits premier et second conteneurs sont solidaires,
- ledit second conteneur et ledit conduit sont solidaires,
- ladite seconde extrémité ouverte est située à l'intérieur du premier conteneur,

ladite enceinte étant apte à occuper deux positions, à savoir :

- une première position dans laquelle ledit premier orifice

se trouve dans une position haute par rapport aux autres parties du premier conteneur, et ledit second orifice se trouve dans une position basse par rapport aux autres parties du second conteneur, et

- une seconde position dans laquelle ledit premier orifice

se trouve dans une position basse par rapport aux autres parties du premier conteneur, ledit second orifice se trouve dans une position haute par rapport aux autres parties du second conteneur, et ladite extrémité ouverte du conduit est à l'aplomb dudit premier orifice et distante de celui-ci, et la configuration de

ladite enceinte étant telle que lors de la rotation de l'enceinte dans un premier sens prédéterminé depuis ladite première position jusqu'à ladite seconde position, un liquide supposé contenu dans ledit second conteneur reste dans le second conteneur, sans

pouvoir s'écouler à travers ledit conduit jusqu'à ladite extrémité ouverte, et que lors de la rotation de l'enceinte, dans un second sens prédéterminé, depuis ladite première position jusqu'à ladite seconde position, un liquide supposé contenu dans ledit second conteneur s'écoule à travers ledit conduit et atteint ladite extrémité ouverte.

Dans des modes de réalisation particuliers, l'enceinte réactionnelle de l'invention peut encore présenter les caractéristiques suivantes, prises isolément ou, le cas échéant, en combinaison :

- ledit second conteneur ainsi que le conduit sont situés à l'intérieur du premier conteneur ;
- ledit conduit comporte au moins un coude ; par exemple le conduit comprend un système de deux coudes en forme de Z ; dans un mode de réalisation particulier, ledit conduit comprend une première partie, depuis l'orifice du second conteneur jusqu'à un premier coude distant du second orifice, une seconde partie depuis le premier coude jusqu'à un second coude, puis une troisième partie depuis le second coude vers l'extrémité ouverte, le conduit étant par exemple construit de façon que, dans ladite première position, ledit premier coude occupe une position haute par rapport audit second orifice, et ledit second coude occupe une position basse par rapport audit premier coude ;
- selon un mode de réalisation particulier, les branches du coude, ou des coudes, sont inclinées par rapport à la verticale lorsque l'enceinte occupe l'une desdites première et seconde positions ;
  - l'enceinte réactionnelle comprend en outre un premier tube dont une extrémité débouche dans le conduit et dont l'autre extrémité est située à l'extérieur de l'enceinte ;
  - l'enceinte réactionnelle comprend en outre un second tube, externe, dont une extrémité est raccordée audit premier orifice, ledit tube occupant une position verticale au-dessus du premier conteneur dans ladite première position de l'enceinte et en dessous du premier conteneur dans la seconde position.
- L'invention concerne en particulier une enceinte réactionnelle telle que définie précédemment, dans laquelle lesdits conteneurs et lesdits tubes et conduit forment un ensemble clos contenant un premier verre dans le premier conteneur et un second verre, d'indice de réfraction différent, dans le second conteneur.
- L'enceinte réactionnelle de l'invention peut être réalisée en tout matériau compatible avec les verres de gaine et de coeur utilisés, et ayant une température de fusion supérieure à la température de ramollissement desdits verres. Le matériau doit

être suffisamment inerte chimiquement pour ne pas polluer au-delà de l'acceptable les verres de gaine et de cœur. On peut réaliser l'enceinte réactionnelle de l'invention, par exemple, en silice ou en verre pyrex.

5 La silice ou le verre pyrex présentent l'avantage qu'ils se travaillent comme le verre usuel, et qu'ils permettent l'observation directe du contenu de l'enceinte.

L'invention a également pour objet un procédé de préparation d'une préforme pour fibres optiques avec un verre de gaine et un 10 verre de cœur d'indices différents, ou d'une fibre optique correspondante, à l'aide d'une enceinte réactionnelle telle que définie ci-dessus. Ce procédé présente notamment les caractéristiques suivantes :

- on introduit le verre de gaine dans le premier conteneur, 15 et le verre de cœur dans le second conteneur, l'enceinte occupant ladite première position ou une position voisine,
- on établit le vide dans l'enceinte,
- on porte l'enceinte à une température suffisante pour que les deux verres soient liquides,
- on soumet l'enceinte à une rotation dans ledit premier sens prédéterminé, depuis ladite première position jusqu'à ladite seconde position, de façon que le verre de gaine s'écoule par gravité vers, puis à travers, le premier orifice,
- on ramène l'enceinte à ladite première position, et 5
- après un temps prédéterminé, on soumet l'enceinte réactionnelle à une rotation, dans ledit second sens prédéterminé, depuis la première position jusqu'à la seconde position, de sorte que le verre de cœur, resté liquide dans le second conteneur, traverse le second orifice, s'engage dans le conduit et atteint ) l'extrémité ouverte à travers laquelle il s'écoule par gravité et traverse ledit premier orifice.

Pour introduire le verre de gaine dans le premier conteneur, on peut utiliser par exemple le second tube externe tel que décrit

précédemment. Ce tube externe est ensuite scellé à une distance suffisante du premier orifice et peut ensuite servir de moule pour la préforme.

Pour introduire le verre de cœur dans le second conteneur, 5 on peut utiliser un premier tube tel que décrit précédemment. Ce tube peut ensuite être scellé dans une zone externe voisine de la paroi du premier conteneur.

Les verres de gaine et de cœur peuvent être introduits par exemple sous forme de particules solides.

10 Le procédé de l'invention est notamment un procédé dans lequel :

- le verre de gaine, après rotation de l'enceinte dans ledit premier sens prédéterminé, traverse le premier orifice et emplit complètement ledit second tube externe, tandis que le verre de 5 cœur reste confiné dans le second conteneur,

- on refroidit pendant un temps prédéterminé ledit tube externe pour qu'une partie du verre de gaine proche de la paroi du tube externe se solidifie, tandis que la partie du verre de gaine dans la zone axiale du tube est encore liquide,

0 - on ramène alors l'enceinte depuis la seconde position jusqu'à ladite première position, de sorte que la partie du verre de gaine encore liquide s'écoule par gravité dans le premier conteneur, tandis que la partie du verre de gaine solidifiée reste dans le tube externe dont la partie axiale est vide,

5 - après ladite rotation de l'enceinte dans ledit second sens prédéterminé, le verre de cœur, resté liquide dans le second conteneur, s'écoule dans le conduit puis tombe, à travers le premier orifice, dans la partie axiale du tube externe, de façon à remplir ladite partie axiale,

1 - et, si désiré, on transforme la préforme ainsi obtenue en fibre optique.

Des modes de réalisation particuliers de l'invention vont maintenant être décrits plus en détail en faisant référence au dessin annexé dans lequel :

- la figure 1 représente une vue schématique, en perspective de l'enceinte dans la première position mentionnée ci-dessus,
- la figure 2 représente une vue schématique en perspective de l'enceinte dans la seconde position.

Comme on le voit sur la figure 1, l'enceinte réactionnelle de l'invention comprend un premier conteneur 1 communiquant par un orifice 2 avec un tube externe 3.

Le second conteneur 4 communique par un orifice 5 avec une extrémité d'un conduit 6 dont l'autre extrémité 7 est une extrémité ouverte. L'extrémité 7 est en forme de bec verseur orienté de façon à éviter que le verre de gaine non solidifié provenant du centre du tube 3 ne vienne obstruer ou polluer le conduit par lequel sera versé le verre de coeur. Un second conduit 8 communique par une de ses extrémités avec le conduit 6, et son autre extrémité, située à l'extérieur de l'enceinte, est une extrémité ouverte.

L'enceinte réactionnelle de l'invention est représentée à la figure 1 dans la position appelée ci-dessus « première position », avec le tube 3 supposé vertical. On voit que l'orifice 2 est en position haute sur le premier conteneur tandis que l'orifice 5 est situé en une position basse de la paroi du second conteneur.

On introduit le verre de gaine, sous la forme de particules solides, par l'orifice 3b, éventuellement en inclinant légèrement l'enceinte par rotation dans le sens anti-horaire autour d'un axe perpendiculaire au plan du dessin, de façon à éviter que le verre de gaine ne s'introduise par l'orifice 7 dans le conduit 6. En augmentant l'angle de rotation, on relève l'extrémité 8b du tube 8 et on peut alors introduire par l'extrémité 8b le verre de coeur qui tombera par gravité dans le second conteneur 4. Le tube 8 est muni en 8b d'un robinet non représenté sur le dessin. On ferme ce

robinet. On établit le vide dans l'enceinte en reliant le tube 3 à une pompe à vide, après quoi on scelle le tube 8 au niveau 8a puis le tube 3 au niveau 3a, comme représenté à la figure 2.

5 Bien entendu, on peut aussi faire le vide par l'intermédiaire d'un autre tube externe, non représenté, débouchant par exemple dans le conteneur 1, puis sceller les tubes 3 et 8 et enfin ledit autre tube externe.

10 On peut également rigidifier l'ensemble second conteneur 4/conduit 6, à l'intérieur du premier conteneur 1, à l'aide d'éléments de rigidification tels que des tiges de silice soudées joignant par exemple les conteneurs 1 et 4 ou le conduit 6 et le conteneur 1.

15 Si une telle tige dépasse du conteneur 1 vers l'extérieur, elle peut aussi servir d'organe de préhension.

On a représenté à la figure 1 l'enceinte sous sa forme initiale, avec les tubes 3 et 8 non scellés ayant une extrémité ouverte.

20 A la figure 2, l'enceinte réactionnelle de l'invention a été représentée dans la position appelée ci-dessus «deuxième position», avec les tubes 3 et 8 scellés en 3a et 8a. Cette deuxième position peut être atteinte à partir de la première position, après rotation de 180° autour d'un axe perpendiculaire au plan du dessin.

Comme indiqué ci-dessus, la configuration de l'enceinte est 5 telle que lors du passage de la première à la seconde position, un liquide présent dans le second conteneur y reste confiné, ou au contraire s'écoule dans le conduit 6, selon le sens de rotation. Cela résulte principalement de la position haute (dans la première position de la figure 1) de l'orifice 5 dans le second conteneur 10 4, qui fait que lorsqu'un liquide est présent dans le conteneur 4, si l'on effectue ladite rotation de 180° à partir de la première position (celle de la figure 1), dans le sens anti-horaire, le liquide restera dans le conteneur 4. On a représenté ce liquide 9

5 dans le conteneur 4 de la figure 2. En revanche, si on effectue ladite rotation dans le sens horaire, ledit liquide va s'écouler dans le conduit 6 et atteindre l'orifice 7 et (on est alors dans la position représentée à la figure 2) ce liquide va s'écouler verticalement par gravité dans le tube 3.

Il n'est pas nécessaire que le conduit 6 présente des coudes. Toutefois, la présence de coudes allonge le temps d'écoulement du verre de coeur liquide vers l'extrémité ouverte 7 du conduit 6, ce qui permet de mieux maîtriser cet écoulement.

10 Pour préparer une préforme, on introduit donc les verres de gaine et de coeur sous forme solide, on établit le vide et on scelle comme cela a été indiqué précédemment.

15 On porte alors l'enceinte dans un four, dans la première position qui est celle représentée à la figure 1. L'enceinte est portée à une température suffisante pour que les verres de gaine et de coeur soient liquides. Le verre de gaine est alors rassemblé dans la partie basse la du conteneur 1. En effectuant une rotation de 180°, comme indiqué ci-dessus, dans le sens anti-horaire, le verre de gaine va s'écouler le long de la paroi 1b du conteneur 1  
20 puis atteindre l'orifice 2 et remplir le tube scellé 3. Le verre de gaine est en quantité suffisante pour remplir complètement le tube 3.

On refroidit alors le tube 3, par exemple en immergeant le tube dans l'eau, pendant un temps tel que seule une partie  
25 périphérique du verre de gaine soit solidifiée, tandis que la partie centrale est encore liquide. Le temps de refroidissement est fonction des épaisseurs respectives souhaitées pour la gaine et la partie de coeur de la préforme. Ce temps peut être déterminé préalablement par de simples expériences de routine. Si on  
0 souhaite une gaine peu épaisse, on peut simplement laisser refroidir pendant un temps suffisant à l'air, à température ambiante.

On effectue alors une nouvelle rotation de 180° environ pour ramener l'enceinte dans la première position, cette rotation étant effectuée de préférence dans le sens horaire (mais elle peut également être effectuée dans le sens anti-horaire, en raison de 5 la viscosité du verre liquide qui rend son écoulement relativement lent). Dans cette nouvelle position, le verre de gaine non solidifié provenant du centre du tube 3 va s'écouler le long des parois du conteneur 1 et se rassembler dans le fond la dudit conteneur.

10 On effectue alors une nouvelle rotation de 180°, dans le sens horaire cette fois, de sorte que le verre de coeur du conteneur 4 s'écoule à travers le conduit 6, atteint l'orifice 7 et s'écoule alors sous l'influence des forces de gravité dans la partie creuse de la gaine formée dans le tube 3.

15 Pendant cette dernière rotation, le verre de gaine en excès, qui s'est refroidi pendant son séjour dans le tube 3 et pendant son retour dans le conteneur 1, a une viscosité qui a fortement augmenté, et ce verre reste pratiquement collé à la paroi du conteneur 1 pendant la dernière rotation, de sorte qu'il n'y a pas 20 de risque qu'il aille s'écouler dans le coeur de la préforme.

La préforme étant ainsi réalisée, on peut réintroduire tout le montage dans un four à recuit, à une température proche de la température de transition vitreuse de celui des verres de gaine et de coeur ayant la température de transition la plus faible, afin 25 de diminuer les tensions internes.

On peut ensuite préparer des fibres optiques monomodes ou multimodes, à partir des préformes obtenues selon l'invention, en utilisant les méthodes connues qui ont été rappelées ci-dessus. Parmi les verres utilisables comme verres de gaine ou de coeur, on 30 peut citer notamment :

- les verres des systèmes Te - As - Se, Ge - As - S ou Ge - As - Se, tels que

ceux décrits par Z.U. Borisova, *Glassy Semiconductors*, Plenum Press, New York, 1981 ;

- les verres de chalcogénures tels que ceux décrits dans "Materials Science and Technology" (Cahn, Haasen, Kramer Eds.), 5 Volume 9 (Glasses and Amorphous Materials) ;

- les verres à base de chalcogénures de gallium, de germanium et d'antimoine décrits dans la demande de brevet FR 97 14942 (n° de publication 2 771 405).

Dans les dessins annexés, on voit que l'axe du conduit 6 est 10 dans le plan, supposé vertical, du dessin. On peut évidemment utiliser d'autres configurations. Par exemple, le conduit peut présenter un coude, au voisinage de l'orifice 5, de façon que l'axe du tube soit, après ce coude, par exemple dans un plan perpendiculaire au plan du dessin. On voit aisément que le second 15 sens de rotation prédéterminé mentionné ci-dessus correspond alors à une rotation autour d'un axe horizontal situé dans le plan du dessin, tandis que le premier sens de rotation prédéterminé peut correspondre à une rotation autour d'un axe horizontal perpendiculaire au plan du dessin.

20 Certains verres, tels que les verres Te - As - Se, peuvent être distillés sous vide. Pour introduire ces verres dans leurs conteneurs respectifs, on peut aussi opérer par distillation sous vide dans les tubes 3 et 8. Par exemple, le tube 3, scellé en 3b, contient au niveau 3c un opercule d'obturation (non représenté) 25 traversé par un petit tube de distillation, le verre de gaine solide étant contenu dans la partie entre 3b et 3c. On introduit cette partie dans un four, après avoir fait le vide dans l'enceinte. Le distillat recueilli dans la partie inférieure du tube 3 (figure 1) s'écoule dans le premier conteneur. On scelle ensuite le tube 3 au niveau 3a, comme décrit précédemment. On peut 30 opérer de façon analogue dans le tube 8 pour le verre de coeur.

On va maintenant donner un exemple de réalisation d'une préforme.

Exemple

On a préparé une enceinte réactionnelle en silice analogue à celle de la figure

1. Le conteneur 1 a 60 mm de diamètre et 60 mm de hauteur. Le tube 5 3 a une hauteur de 190 mm, et de 90 mm après scellement au niveau 3a. Le conteneur 4 a un diamètre de 15 mm. La partie externe du tube 8 a une longueur de 100 mm.

Le verre de gaine (25 g) a la composition suivante (en atomes) :  $\text{Te}_2\text{As}_3\text{Se}_5$ .

10 Le verre de cœur (12 g) a la composition suivante :

$\text{Te}_{2,5}\text{As}_3\text{Se}_{4,5}$ .

Après introduction des verres dans leurs conteneurs respectifs, on scelle le tube 8 en 8a, on établit le vide via le tube 3 et on scelle le tube 3 en 3a. On chauffe l'enceinte dans un 15 four pendant 1 heure environ à 500 °C. On sort l'enceinte du four dans la première position. Au temps  $t_0$ , on effectue une rotation de 180° dans le sens anti-horaire. Le verre de gaine vient remplir le tube 3. Au temps  $t_0 + 15s$ , on immerge le tube 3 dans l'eau. Le tube est sorti de l'eau au temps  $t_0 + 25s$ , et on soumet l'enceinte 20 à une nouvelle rotation de 180°, dans le sens horaire. Le centre du tube 3 se vide, mais il reste une gaine de verre solidifiée à la périphérie interne.

Au temps  $t_0 + 45s$ , on effectue une nouvelle rotation de 180°, dans le sens horaire. Le verre de cœur liquide s'écoule 25 dans le conduit 6, atteint le bec verseur 7 et vient remplir la partie creuse du tube 3. Tout le moulage est ensuite recuit à température inférieure à  $T_g$  (température de transition vitreuse). On casse l'extrémité du tube 3 et on extrait la préforme. L'étude 30 de la composition le long d'un diamètre d'une coupe transversale, en microscopie électronique, montre une teneur constante en arsenic, avec une augmentation de tellure et une diminution de sélénium dans le cœur de la préforme.

REVENDICATIONS

## 1. Enceinte réactionnelle comprenant :

5 - un premier conteneur (1) constitué essentiellement par une paroi délimitant un volume sensiblement clos, à l'exception d'au moins un premier orifice (2) ménagé dans ladite paroi,

10 - un second conteneur (4) constitué essentiellement par une paroi délimitant un volume sensiblement clos, à l'exception d'un second orifice (5) mettant en communication le second conteneur avec une première extrémité d'un conduit (6) ayant une seconde extrémité ouverte (7),

15 dans laquelle :

- lesdits premier et second conteneurs sont solidaires,
- 15 - ledit second conteneur et le ledit conduit sont solidaires,
- ladite seconde extrémité ouverte est située à l'intérieur du premier conteneur,

20 ladite enceinte étant apte à occuper deux positions, à savoir

- 20 - une première position dans laquelle ledit premier orifice (2) se trouve dans une position haute par rapport aux autres parties du premier conteneur (1), et ledit second orifice (5) se trouve dans une position basse par rapport aux autres parties du second conteneur (4), et

25 - une seconde position dans laquelle ledit premier orifice (2) se trouve dans une position basse par rapport aux autres parties du premier conteneur (1), ledit second orifice (5) se trouve dans une position haute par rapport aux autres parties du second conteneur (4), et ladite extrémité ouverte (7) du conduit est à l'aplomb dudit premier orifice (2) et distante de celui-ci, et la configuration de ladite enceinte étant telle que lors de la rotation de l'enceinte dans un premier sens prédéterminé depuis 30 ladite première position jusqu'à ladite seconde position, un

liquide supposé contenu dans ledit second conteneur (4) reste dans le second conteneur, sans pouvoir s'écouler à travers ledit conduit (6) jusqu'à ladite extrémité ouverte (7), et que lors de la rotation de l'enceinte, dans un second sens prédéterminé, 5 depuis ladite première position jusqu'à ladite seconde position, un liquide supposé contenu dans ledit second conteneur (4) s'écoule à travers ledit conduit (6) et atteint ladite extrémité ouverte (7).

2. Enceinte réactionnelle selon la revendication 1, dans 10 laquelle ledit second conteneur (4) et le conduit (6) sont situés à l'intérieur du premier conteneur (1).

3. Enceinte réactionnelle selon la revendication 1, dans laquelle ledit conduit comporte au moins un coude.

4. Enceinte réactionnelle selon la revendication 3, dans 15 laquelle ledit conduit comprend un système de deux coudes en forme de Z.

5. Enceinte réactionnelle selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle ledit conduit comprend une première partie, depuis l'orifice du second conteneur jusqu'à 20 un premier coude distant du second orifice, une seconde partie depuis le premier coude jusqu'à un second coude, puis une troisième partie depuis le second coude vers l'extrémité ouverte, et dans laquelle, dans ladite première position, ledit premier coude occupe une position haute par rapport audit second orifice, 25 et ledit second coude occupe une position basse par rapport audit premier coude.

6. Enceinte réactionnelle selon l'une quelconque des revendications 3 à 5, dans laquelle, dans lesdites première et seconde positions de ladite enceinte, les branches du coude, ou 30 des coudes, sont inclinées par rapport à la verticale.

7. Enceinte réactionnelle selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant en outre un premier tube externe (3) dont une extrémité est raccordée audit premier orifice

(2), ledit tube occupant une position verticale au-dessus du premier conteneur (1) dans ladite première position de l'enceinte et en dessous du premier conteneur dans la seconde position.

8. Enceinte réactionnelle selon l'une quelconque des 5 revendications précédentes, comprenant en outre un second tube (8) dont une extrémité débouche dans le premier conduit (6) et dont l'autre extrémité (8b) est située à l'extérieur de l'enceinte, ledit second tube étant apte à être scellé dans sa partie extérieure à l'enceinte.

10 9. Enceinte réactionnelle selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle lesdits conteneurs et lesdits tubes et conduit forment un ensemble clos contenant un premier verre dans le premier conteneur et un second verre, d'indice différent, dans le second conteneur.

15 10. Enceinte réactionnelle selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle lesdits conteneurs, conduit et tubes sont en silice ou en verre pyrex.

11. Procédé de préparation d'une préforme de fibre optique ou d'une fibre optique avec un verre de gaine et un verre de cœur 20 d'indices différents, à l'aide d'une enceinte réactionnelle telle que définie dans l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel :

- on introduit le verre de gaine dans le premier conteneur (1), et le verre de cœur dans le second conteneur (4), l'enceinte 25 occupant ladite première position ou une position voisine,

- on établit le vide dans l'enceinte,

- on porte l'enceinte à une température suffisante pour que les deux verres soient liquides,

- on soumet l'enceinte à une rotation dans ledit premier 30 sens prédéterminé,

depuis ladite première position jusqu'à ladite seconde position, de façon que le verre de gaine s'écoule par gravité vers, puis à travers, le premier orifice (2),

- on ramène l'enceinte à ladite première position, et  
- après un temps prédéterminé, on soumet l'enceinte  
réactionnelle à une rotation, dans ledit second sens prédéterminé,  
depuis la première position jusqu'à la seconde position, de sorte  
5 que le verre de coeur, resté liquide dans le second conteneur,  
traverse le second orifice (5), s'engage dans le conduit (6) et  
atteint l'extrémité ouverte (7) à travers laquelle il s'écoule par  
gravité et traverse ledit premier orifice (2).

12. Procédé selon la revendication 11, dans lequel  
10 l'enceinte comprend ledit tube externe tel que défini à la  
revendication 7.

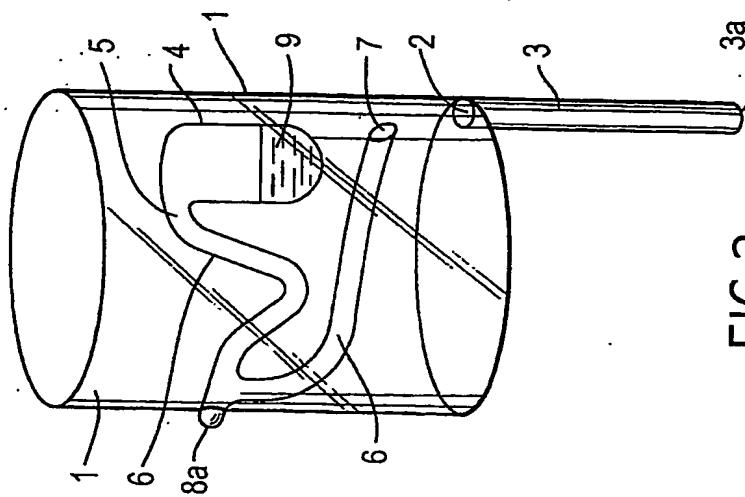
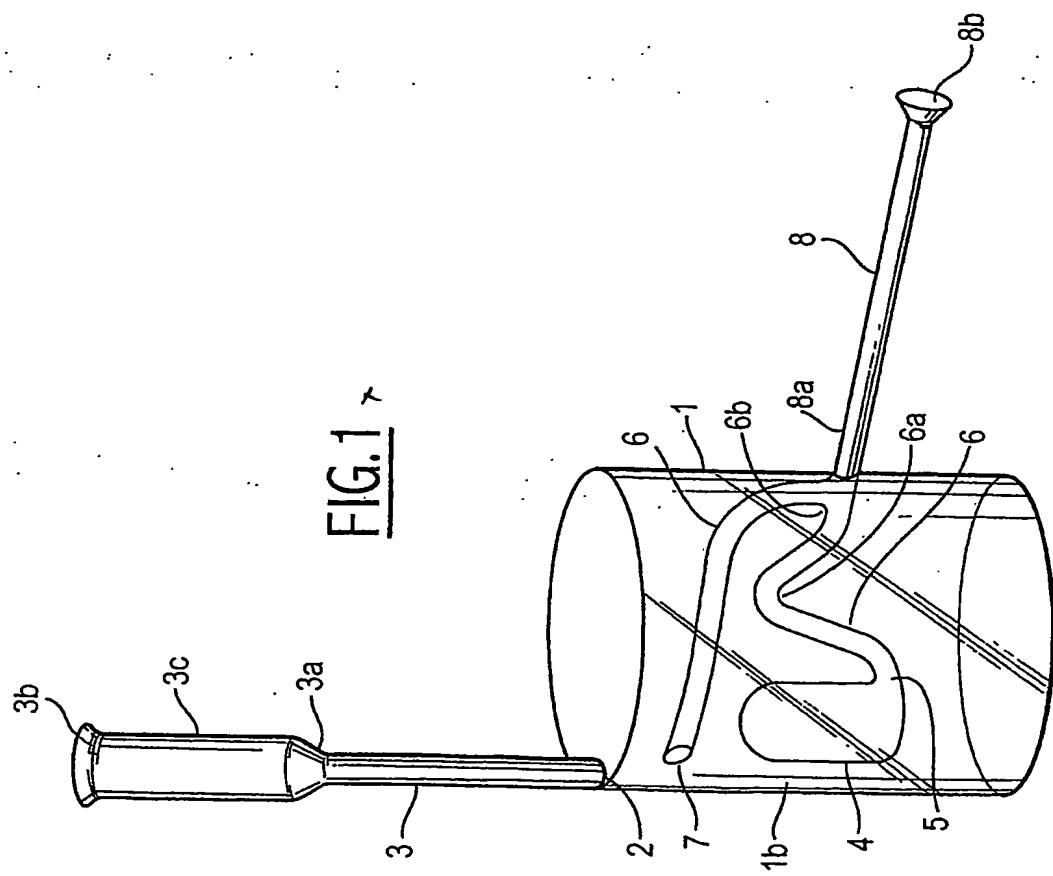
13. Procédé selon la revendication 12, dans lequel :

- le verre de gaine, après rotation de l'enceinte dans ledit  
premier sens prédéterminé, traverse le premier orifice (2) et  
15 emplit ledit tube externe (3), tandis que le verre de coeur reste  
confiné dans le second conteneur (4),  
- on refroidit pendant un temps prédéterminé ledit tube  
externe (3) pour qu'une partie du verre de gaine proche de la  
paroi du tube externe se solidifie, tandis que la partie du verre  
20 de gaine dans la zone axiale du tube est encore liquide,

- on ramène alors l'enceinte depuis la seconde position  
jusqu'à ladite première position, de sorte que la partie du verre  
de gaine encore liquide s'écoule par gravité dans le premier  
conteneur (1), tandis que la partie du verre de gaine solidifiée  
25 reste dans le tube (3) dont la partie axiale est vide,

- après ladite rotation de l'enceinte dans ledit second sens  
prédéterminé, le verre de coeur, resté liquide dans le second  
conteneur (4), s'écoule dans le conduit (6) puis tombe, à travers  
le premier orifice (2), dans la partie axiale du tube (3),  
30 - et, si désiré, on transforme la préforme ainsi obtenue en  
fibre optique.

1 / 1

FIG. 2FIG. 1

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 03/50223

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C03B37/012 C03B19/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C03B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 92 00923 A (BT PLC) 23 January 1992 (1992-01-23) abstract; figures 1-3 ---	1,11
A	EP 0 326 401 A (KOKUSAI DENSHIN DENWA CO LTD) 2 August 1989 (1989-08-02) abstract; figures 1,2 ---	1,11
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1996, no. 11, 29 November 1996 (1996-11-29) & JP 08 183630 A (SUMITOMO ELECTRIC IND LTD), 16 July 1996 (1996-07-16) abstract ---	1,11 ---/---

 Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex.

## ° Special categories of cited documents:

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the International filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the International filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- \*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

28 October 2003

Date of mailing of the International search report

04/11/2003

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Stroud, J

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP 03/50223

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 10, no. 23, 29 January 1986 (1986-01-29) & JP 60 176938 A (NTT CORP), 11 September 1985 (1985-09-11) abstract ---	1,11
A	US 5 779 757 A (SANGHERA J S ET AL) 14 July 1998 (1998-07-14) abstract; figures 3,4 ---	1,11

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP 03/50223

Patent document cited in search report	Publication date		Patent family member(s)		Publication date
WO 9200923	A 23-01-1992		CA 2086540 A1 DE 69118536 D1 DE 69118536 T2 DK 538345 T3 EP 0538345 A1 WO 9200923 A1 JP 3339634 B2 JP 5508377 T US 5401289 A US 5334232 A		10-01-1992 09-05-1996 29-08-1996 19-08-1996 28-04-1993 23-01-1992 28-10-2002 25-11-1993 28-03-1995 02-08-1994
EP 0326401	A 02-08-1989		JP 1192736 A EP 0326401 A2 US 4925475 A		02-08-1989 02-08-1989 15-05-1990
JP 08183630	A 16-07-1996		NONE		
JP 60176938	A 11-09-1985		JP 1497223 C JP 63046011 B		16-05-1989 13-09-1988
US 5779757	A 14-07-1998	WO	9907645 A1		18-02-1999

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande No  
PCT/EP 03/50223

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
CIB 7 C03B37/012 C03B19/02

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)  
CIB 7 C03B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 92 00923 A (BT PLC) 23 janvier 1992 (1992-01-23) abrégé; figures 1-3	1, 11
A	EP 0 326 401 A (KOKUSAI DENSHIN DENWA CO LTD) 2 août 1989 (1989-08-02) abrégé; figures 1,2	1, 11
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1996, no. 11, 29 novembre 1996 (1996-11-29) & JP 08 183630 A (SUMITOMO ELECTRIC IND LTD), 16 juillet 1996 (1996-07-16) abrégé	1, 11
		-/-

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

### \* Catégories spéciales de documents cités:

- \*A\* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- \*E\* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- \*L\* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- \*O\* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- \*P\* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- \*T\* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- \*X\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- \*Y\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- \*&\* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

28 octobre 2003

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

04/11/2003

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale  
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3018

Fonctionnaire autorisé

Stroud, J

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande No

PCT/EP 03/50223

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 10, no. 23, 29 janvier 1986 (1986-01-29) & JP 60 176938 A (NTT CORP), 11 septembre 1985 (1985-09-11) abrégé ----	1,11
A	US 5 779 757 A (SANGHERA J S ET AL) 14 juillet 1998 (1998-07-14) abrégé; figures 3,4 ----	1,11

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande de famille No

PCT/EP 03/50223

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
WO 9200923	A 23-01-1992	CA	2086540 A1	10-01-1992
		DE	69118536 D1	09-05-1996
		DE	69118536 T2	29-08-1996
		DK	538345 T3	19-08-1996
		EP	0538345 A1	28-04-1993
		WO	9200923 A1	23-01-1992
		JP	3339634 B2	28-10-2002
		JP	5508377 T	25-11-1993
		US	5401289 A	28-03-1995
		US	5334232 A	02-08-1994
EP 0326401	A 02-08-1989	JP	1192736 A	02-08-1989
		EP	0326401 A2	02-08-1989
		US	4925475 A	15-05-1990
JP 08183630	A 16-07-1996	AUCUN		
JP 60176938	A 11-09-1985	JP	1497223 C	16-05-1989
		JP	63046011 B	13-09-1988
US 5779757	A 14-07-1998	WO	9907645 A1	18-02-1999